PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2000-191972

(43)Date of publication of application: 11.07.2000

(51)Int.CI.

CO9D 11/10 B41J 2/01

(21)Application number: 10-372507

(71)Applicant: KAO CORP

(22)Date of filing:

28.12.1998

(72)Inventor: SAWADA MICHITAKA

ANDO TOSHIYUKI TAKAHASHI SHIGEKI

(54) INK SET

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an ink set for ink jet printing use, made up of black ink and color ink each good in fixity and water resistance and bleed resistance as well and capable of attaining clear printing. SOLUTION: This ink set for ink jet printing use is made up of black ink and color ink; wherein the black ink comprises an aqueous dispersion of a vinyl polymer incorporated with an oil-soluble black dye or carbon black as coloring material, and the ionicity of the color ink is opposite to that of the coloring material in the black ink.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-191972 (P2000-191972A)

平成12年7月11日(2000.7.11) (43)公開日

(51) Int.Cl.7

B41J

C 0.9 D 11/10

2/01

識別記号

FΙ

テーマコート*(参考)

C09D 11/10

2C056

B41J 3/04

101Y 4J039

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全 7 頁)

(21)出願番号

(22)出願日

特願平10-372507

平成10年12月28日(1998.12.28)

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 澤田 道隆

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研

究所内

(72)発明者 安藤 俊幸

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研

究所内

(74)代理人 100063897

弁理士 古谷 馨 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクセット

(57)【要約】

【課題】 定着性、耐水性が良好で、更に耐ブリード性 も良好な非常にきれいな印字が達成できる、ブラックイ ンクとカラーインクとからなるインクジェット記録用イ ンクセットの提供。

【解決手段】 ブラックインクとカラーインクとからな るインクジェット記録用インクセットであって、ブラッ クインクが色材として油溶性黒染料又はカーボンブラッ クを内包させたビニルポリマーの水分散体を含有し、か つカラーインクのイオン性が前記ブラックインク中の色 材のイオン性と反対のイオン性であるインクセット。

.1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ブラックインクとカラーインクとからな るインクジェット記録用インクセットであって、ブラッ クインクが色材として油溶性黒染料又はカーボンブラッ クを内包させたビニルポリマーの水分散体を含有し、か つカラーインクのイオン性が前記ブラックインク中の色 材のイオン性と反対のイオン性であるインクセット。

【請求項2】 ビニルポリマーが、(a) 塩生成基含有モ ノマーと、(b) 水酸基含有モノマーと、(c) マクロマー と、(d) これらと共重合可能なモノマーとをラジカル重 10 合開始剤の存在下に共重合させて得られるポリマーであ る請求項1記載のインクセット。

【請求項3】 マクロマーが、式(1)で表されるシリ コーンマクロマー、片末端に重合性官能基を有するスチ レンの単独重合体又は共重合体からなるスチレンマクロ マーあるいはシリコーンマクロマーとスチレンマクロマ ーの混合物である請求項2記載のインクセット。

 $X(Y)_n Si(R)_{\rightarrow \bullet}$ (2)_• (1) (土中、

X: 重合可能な不飽和基を示す。

Y:2価の結合基を示す。

R:水素原子、低級アルキル基、アリール基又はアルコ キシ基を示し、複数個のR は同一でも異なっていてもよ い。

2:少なくとも500 の数平均分子量を有する1価シロキ サンポリマー部分を示す。

n: 0又は1を示す。

n:1~3の整数を示す。)

【請求項4】 ビニルポリマー水分散体のイオン性がカ チオン性であり、カーボンブラックを内包させたもので ある請求項1~3のいずれか一項に記載のインクセッ **h**_o ·

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ブラックインクと カラーインクとからなるインクジェット記録用インクセ ットに関する。

[0002]

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】インク ジェット記録方式は、非常に微細なノズルからインク液 40 滴を記録部材に直接吐出、付着させて、文字や画像を得 る記録方式である。この方式によれば、使用する装置が 低騒音で操作性が良いという利点を有するのみならず、 カラー化が容易であり且つ記録部材として普通紙が使用 できるという利点も有するため、近年広く用いられてい

【0003】このインクジェットプリンタに使用される ブラックインクとカラーインクとからなるインクセット として、酸性カーボンブラック、塩基性界面活性剤及び 水溶性有機溶剤を含有する酸性のブラックインクと、塩 50 マーと、(c) マクロマーと、(d) これらと共重合可能な

基性のカラーインクからなるインクセット (特開平9-183224号公報)、カーボンブラックの表面に少なくとも 1種の親水性基が直接もしくは他の原子団を介して結合 された自己分散型カーボンブラックを有するブラックイ ンクと、このブラックインク中の色材に対して逆極性の 色材を有するカラーインクとを含むインクセット(特開 平10-140064号公報) 等が開示されている。しかしこれ らのインクセットを用いた印字物は耐ブリード性は良好 であるが、特にブラックインクの定着性が悪く、十分に 満足ゆくものではなかった。

【0004】本発明の課題は、定着性、耐水性が良好 で、更に耐ブリード性も良好な非常にきれいな印字が達 成できる、ブラックインクとカラーインクとからなるイ ンクジェット記録用インクセットを提供することにあ

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明は、ブラックイン クとカラーインクとからなるインクジェット記録用イン クセットであって、ブラックインクが色材として油溶性 20 黒染料又はカーボンブラックを内包させたビニルポリマ ーの水分散体を含有し、かつカラーインクのイオン性が 前記ブラックインク中の色材のイオン性と反対のイオン 性であるインクセットを提供する。

[0006]

【発明の実施の形態】本発明にブラックインク用色材と して用いられるビニルポリマー水分散体は、油溶性黒染 料又はカーボンブラックがビニルポリマーによって形成 される水分散体の粒子中に内包されており、このような 水分散体を得る方法としては、例えば下記①~③の方法 がある。

【 0 0 0 7 】 **②** ビニルポリマーを油溶性黒染料と共に 親水性有機溶媒に溶解させ、必要に応じ中和剤を加えて ポリマー中の塩生成基をイオン化し、次いで水を加えた 後、親水性有機溶媒を留去して水系に転相する方法。

ビニルポリマーを有機溶媒に溶解させ、必要に応じ 中和剤を加えてポリマー中の塩生成基をイオン化し、次 いで水及びカーボンブラックを加えて混練し、混練物か ら有機溶媒を留去して水系にする方法。

③ 水不溶性有機溶媒中にビニルポリマーと油溶性黒染 料を溶解して得られた溶液に、水、中和剤及び必要に応 じ界面活性剤を加えてポリマー中の塩生成基をイオン化 し、次いで得られた混合物を乳化した後、水不溶性有機 溶媒を留去して水分散体とする方法。

【0008】このような油溶性黒染料又はカーボンブラ ックを内包させたビニルポリマーの水分散体を用いるこ とにより、定着性が良いために耐擦過性や耐マーカー性 に優れ、耐水性が良好で、にじみも少なくなる。

【0009】本発明に用いられるビニルポリマーとして は、(a) 塩生成基含有モノマーと、(b) 水酸基含有モノ

3

モノマーとをラジカル重合開始剤の存在下に共重合させ て得られるポリマーが好ましい。

【0010】(a) 成分の塩生成基含有モノマーとして特開平9-286939号公報第5頁第7欄第24行~第8欄第29行記載のものが使用できる。カチオン性のモノマーとして、不飽和3級アミン含有モノマー、不飽和アンモニウム塩含有モノマー等があり、N,N-ジメチルアミノエチルアクリレート、<math>N,N-ジメチルアミノエチルメタクリレート、<math>N-(N',N'-i)メチルアミノプロピル)アクリルアミド、N-(N',N'-i)メチルアミノプロピル)メタクリルアミドが好ましい。

【0011】又、アニオン性のモノマーとしては、不飽和カルボン酸モノマー、不飽和スルホン酸モノマー、不飽和リン酸モノマー等があり、不飽和カルボン酸モノマー、特にアクリル酸、メタクリル酸が好ましい。

【0012】(b) 成分の水酸基含有モノマーとしては、2-ヒドロキシエチルアクリレート、3-ヒドロキシプロピルアクリレート、ポリエチレングリコールアクリレート、2-ヒドロキシエチルメタクリレート、3-ヒドロキシプロピルメタクリレート、ポリエチレングリコー 20ルメタクリレート等が挙げられ、2-ヒドロキシエチルアクリレート又はメタクリレートが好ましい。

【0013】(c) 成分のマクロマーとしては、式(1)で表されるシリコーンマクロマー、片末端に重合性官能基を有するスチレンの単独重合体又は共重合体からなるスチレンマクロマーあるいはこれらの混合物が好ましい。

【0014】X(Y)。Si(R)。 (Z)。 (1) (式中、

X:重合可能な不飽和基を示す。

Y: 2価の結合基を示す。

R:水素原子、低級アルキル基、アリール基又はアルコキシ基を示し、複数個のR は同一でも異なっていてもよい

Z:少なくとも500 の数平均分子量を有する1価シロキサンポリマー部分を示す。

n: 0又は1を示す。

【0015】m:1~3の整数を示す。)。

【0016】マクロマーの中で、ヘッドの焦げ付きを防*

*止するためには、シリコーンマクロマーが好ましく、染料やカーボンブラックを十分に内包させるためにはスチレンマクロマーが好ましい。またこれらのマクロマーを併合するのが特に好ましい。

【0017】式(1)で表されるシリコーンマクロマーにおいて、Xとして、CHL=CH-、CHL=C(CHL)-等の基が挙げられる。Yとして、-COO-、-COOCLHLL-(ここで bは 1~5の数を示す)、フェニレン基等が挙げられ、-COO C.HL-が好ましい。Rとしては、水素原子、メチル基、10 エチル基、フェニル基、メトキシ基等が挙げられ、メチル基が好ましい。Zは好ましくは数平均分子量 800~50001 価のジメチルシロキサンポリマーである。nは好ましくは1である。mは好ましくは1である。cooシリコーンマクロマーは、式(1-1)で表される化合物が好ましい。

【0018】 【化1】

$$CH_z = CR - COOC_3H_6 - \left(\begin{array}{c} R \\ i \\ Si - O \\ R \end{array}\right) - \begin{array}{c} R \\ i \\ Si - R \end{array}$$
 (1-1)

【0019】 (式中、R'は水素原子又はメチル基、R は前記の意味を示し、2a+3個のR は同一でも異なっていてもよい。aは $5\sim65$ の数を示す。)

スチレンマクロマーは重量平均分子量 1,000~10,000の 範囲のものが好ましく、特に片末端に重合性官能基とし てアクリロイルオキシ基又はメタクリロイルオキシ基を 有するものが好ましい。またスチレンマクロマーを構成 するスチレン単位と共重合可能なモノマー単位との割合 30 は、全構成モノマー中スチレン単位が60重量%以上、好 ましくは70重量%以上であることが十分な染料あるいは カーボンブラック導入率を確保できる点から望ましい。 スチレン共重合体を構成するスチレンと共重合可能なモ ノマーとしては、アクリロニトリル等が挙げられる。ス チレンマクロマーの具体例としては、式(2)で表され る構造を有するものが挙げられる。

[0020]

【化2】

$$CH_{2} = C - C00C_{2}H_{4} - CH_{2} - CH - CH_{2} - CH - H - CH_{2} - CH - CH_{2} - CH_{2}$$

【0021】 (式中、p, qはp/q=6/4~10/0で、重量平均分子量が 1,000~10,000となる数を示す。)

(d) 成分としては、アクリル酸メチル、アクリル酸エチ ル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、アクリル酸プロピル、アクリル酸ブチル、アクリル 50 ル、メタクリル酸ブチル、メタクリル酸アミル、メタク

酸アミル、アクリル酸ヘキシル、アクリル酸2ーエチルヘキシル、アクリル酸オクチル、アクリル酸デシル、アクリル酸デシル、アクリル酸ドデシル等のアクリル酸エステル類;メタクリル酸プロピル、メタクリル酸プラル、メタクリル酸プラル、メタクリル酸プラル、メタクリル酸プラル、メタクリル酸アミル、メタクリル酸アミル、メタク

5

リル酸へキシル、メタクリル酸 2 ーエチルヘキシル、メタクリル酸オクチル、メタクリル酸デシル、メタクリル酸ドデシル等のメタクリル酸エステル類;スチレン、ビニルトルエン、2 ーメチルスチレン、クロルスチレン等のスチレン系モノマー、アクリルアミド、メタクリルアミド等のアミド系モノマー等が挙げられる。

【0022】本発明のビニルポリマー中の(a)~(d)成分合計量に対する(a)成分の共重合量は1~40重量%が好ましい。(b)成分の共重合量は5~40重量%が好ましい。(c)成分の共重合量は、染料導入率向上やヒーター 10面の焦げ付き抑制のために、1~30重量%が好ましい。(d)成分の共重合量は10~93重量%が好ましい。

【0023】本発明のビニルポリマーは、上記(a)~(d) 成分を、ラジカル重合開始剤の存在下、バルク重合法、溶液重合法、懸濁重合法、乳化重合法等の公知の重合法により重合させることにより製造されるが、特に溶液重合法により製造するのが好ましい。溶液重合法で用いる溶剤としては極性有機溶剤が好ましく、水混和性有機溶剤を水と混合して用いることもできる。かかる有機溶剤としては、例えばメタノール、エタノール、プロパノール等の炭素数1~3の脂肪族アルコール;アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類;酢酸エチル等のエステル類等が挙げられ、これらのうち、特にメタノール、エタノール、アセトン、メチルエチルケトン又はこれらと水との混合液が好ましい。

【0024】重合は、通常30~100℃、好ましくは50~80℃で1~10時間行われ、使用するラジカル重合開始 剤、モノマー、溶剤の種類等により適宜選定される。また、重合は、窒素等の不活性ガス雰囲気下で行うのが好ましい。重合後、反応液から再沈澱、溶剤留去等、公知の方法により共重合体を単離することができる。

【0025】本発明のビニルポリマーの重量平均分子量は3,000~50,000であることが、プリンタヘッドの焦げ付き性や、印刷後のインクの耐久性、及び分散体の形成性の点から好ましい。

【0026】本発明に用いられる油溶性黒染料として、C.I. ソルベント・ブラック3, 7,27,29,34等が挙げられる。またカーボンブラックとして、Monarch 880,280,400、Regal 400R、Mogul L(キャボット社製)、PRINTEX-L,-150T,-90,-60,-80(デグサ社製)、#950,#960,MA 600(三菱化学(株)製)等が挙げられる。【0027】油溶性黒染料又はカーボンブラックを内包させたビニルポリマー水分散体の粒径は、インクのにじみの発生、分散体の安定性の観点から、 $0.01\sim0.50\,\mu\,m$ が好ましく、 $0.02\sim0.15\,\mu\,m$ が更に好ましい。

【0028】ビニルポリマー水分散体中の油溶性黒染料 又はカーボンブラックの内包量は、印字濃度や内包のし やすさの観点から、ビニルポリマーの固形分に対して20 ~400 重量%が好ましく、30~300 重量%が更に好まし い。 【0029】また、本発明のインク中の油溶性黒染料またはカーボンブラックの配合量は、印字濃度や吐出安定性の観点から、 $1\sim30$ 重量%が好ましく、 $3\sim15$ 重量%が更に好ましい。

【0030】本発明に用いられるカラーインクは、黒色以外の例えばイエロー、マゼンタ、シアン等の顔料あるいは染料を含有するインクで、そのイオン性が前記ブラックインク中の色材のイオン性と反対のイオン性のものである。このような逆イオン性のカラーインクを組み合わせることにより耐ブリード性が良好な(境界部分のにじみがない)、非常にきれいな印字が達成できる。

【0031】本発明のインクセットは、ブラックインクとしてアニオン性、カラーインクとしてカチオン性の組み合わせ、ブラックインクとしてカチオン性、カラーインクとしてアニオン性の組み合わせのいずれでも良いが、カラーインクがアニオン性の場合、耐水性が比較的高い染料(例えばカルボキシル基を有するような染料)が多いので、ブラックインクはカチオン性の方が好ましい。また、耐光性を考慮するとカーボンブラックを内包させたビニルポリマー水分散体を含有するものが特に好ましい。更に完全耐水性、高定着性を目指すなら、カラーインクとしてもカラー染顔料を内包させたビニルポリマー水分散体を使用することが望ましい。

【0032】本発明のブラックインク及びカラーインクには、従来公知の各種添加剤、例えば多価アルコール類のような湿潤剤、分散剤、消泡剤、防黴剤及び/又はキレート剤等を添加することができる。

[0033]

【発明の効果】本発明のインクジェット記録用インクセットは、定着性、耐水性が良好で、更に耐ブリード性も 良好な非常にきれいな印字が達成できる。

[0034]

【実施例】例中の部及び%は重量基準である。

【0035】製造例1

反応器に、重合溶媒としてメチルエチルケトン20部、重合性不飽和単量体として、表1の初期仕込みモノマーの欄に記載されているモノマー及び重合連鎖移動剤を仕込み、窒素置換を充分行った。一方、滴下ロート中に、表1の滴下モノマーの欄に記載されているモノマー及び重合連鎖移動剤とメチルエチルケトン60部、2,2'ーアゾビス(2,4ージメチルバレロニトリル)0.2部を充分窒素置換を行った後に仕込んだ。窒素雰囲気下、反応容器内の混合液を撹拌しながら65℃まで昇温し、滴下ロート中の混合溶液を3時間かけて徐々に滴下した。滴下終了2時間後、2,2'ーアゾビス(2,4ージメチルバレロニトリル)0.1部をメチルエチルケトン5部に溶解した溶液を加え、更に65℃で2時間、70℃で2時間熟成させることにより共重合体溶液を得た。

【0036】得られた共重合体溶液の一部を、減圧下、 105℃で2時間乾燥させ、完全に溶媒を除去することに

50

よって単離し、標準物質としてポリスチレン、溶媒としてテトラヒドロフランを用いたゲルパーミエーションクロマトグラフィーにより分子量を測定したところ、重量平均分子量として約10,000であった。

【0037】上記で得られた共重合体溶液を減圧乾燥させて得られた共重合体5部に、表1に示す有機溶媒25部、及び表1に示す油溶性黒染料5部を加えて完全に溶解させ、表1に示す中和剤(30%水溶液)を2部加えて共重合体の塩生成基を一部中和し、イオン交換水300部を加え、撹拌した後、マイクロフルイダイザー(マイクロフルイダイザー社製)を用いて、30分間乳化した。得られた乳化物から減圧下、60℃で有機溶媒を完全に除去し、更に一部の水を除去することにより濃縮し、固形分濃度が10%の油溶性黒染料内包ビニルポリマー水系分散体(以下BK-1と略記)を得た。

*【0038】製造例2

表1に示すモノマー及び重合連鎖移動剤を用い、製造例 1と同様にして共重合体溶液を得た。製造例1と同様に分子量を測定したところ、重量平均分子量として約10,00であった。得られた共重合体溶液を減圧乾燥させた共重合体5部を表1に示す有機溶媒25部に溶かし、その中に表1に示す中和剤(30%水溶液)を2部加えて、共重合体の塩生成基を一部中和し、更にイオン交換水50部及びカーボンブラック5部を加え、ビーズミルで混練した。得られた混練物から減圧下60℃で有機溶媒を完全に除去し、更に一部の水を除去する事により固形分濃度10%のカーボンブラック内包ビニルポリマー水分散体(以下BK-2と略記)を得た。

[0039]

【表1】

·	製造例 1 (BK-1)	製造.例 2 (BK-2)	
	1-ブチルメタクリレート 20部	スチレン 10部	
初期仕込	2-ヒドロキシエチルナタクリレート 5部	n-ブチルアクリレート 10部	
3 E/7-	シリコーンマクロマーFM-0711 *1 2部	ポリエテレングリコールナタケリレート 5部・	
及び	ジメチルフミノブロビルメタクリルフミド 10部	シリコーンマクロマーFM-0711 2部	
重合連鎖	n-ドデシルメルカプタン 0.6部	スチレンアクリロニトリルマクロマーAN-6** 2部・	
移動剤		ジョナルフミノエナルノタクリレート 10部	
		n-ドデシレノレカプラン 0.6部	
	1-ブチルメタクリレート 37部	スチレン 10部	
満下モノマー	2-ヒドロキシエチルメタクリレート 10部	n-ブチルアクリレート 17部	
及び	シリコーンマクロマーFM-0711 8部	2-tドロキシエチルノタクリレート 5部	
重合連鎖	ブノチルアミノブロピルノタクリルアミド 5部	シリコーンマクロマーPM-0711 8部	
移動剤	n-ドデシルメルカプラン 2.4部	スチレンアクリロニトリルマクロマーAN-6 8部	
		ジメチルアミノエチルメタクリレート 10部	
		n-ドデシルメルカプタン 2.4部	
有機溶剤	アセトン	メチルエチルケトン	
中和剤	孔 酸	グルコン酸	
染・顔料	オイルプラック860 カーポンプラック(Printex-90) (オリエント(株)製) (デグサ社製)		

【0040】注)

*1 シリコーンマクロマーFM-0711:下記式(1-1-1)で 40 表される構造を有する、チッソ(株)製のシリコーンマクロマー

[0041]

[(
$$\pm$$
3]
CH₃ CH₃ CH₃ CH₃ (1-1-1)
CH₂=C-COOC₃H₆ \leftarrow (1-1-1)
CH₃ CH₃ (1-1-1)

【0042】 (式中、a'は重量平均分子量が1000となる数である。)

*2 スチレンアクリロニトリルマクロマーAN-6:スチレン含有率70%, 重量平均分子量6,000 のスチレン/アクリロニトリル共重合体からなる東亜合成(株)製のスチレンマクロマー

製造例3

表面積が230 m²/gでDBP吸油量が70m²/gのカーボンブラック10gと、3-アミノーN-エチルピリジニウムブロマイド3.06gとを水72gによく混合した後、これに硝酸1.62gを滴下して70℃で攪拌した。4分後、5gの水に1.07gの亜硝酸ナトリウムを溶かした溶液を加え、更に1時間攪拌した。得られたスラリーを東洋濾紙50 No.2(アドバンティス社製)でろ過して、カーボンブラ

ック粒子を十分に水洗した。このカーボンブラックウェ ットケーキを水3000mLに再分散して、電導度0.2 μs ま で逆浸透膜で脱塩した。更に、このカーボンブラック分 散液をカーボンブラック濃度10%に濃縮することによ り、カーボンブラックの表面に式

[0043]

【化4】



【0044】で表される基が結合された、カチオン性の 10 自己分散型カーボンブラック水分散体(以下 BK-3と*

<u>ブラックインク</u>

* 略記)を得た。

【0045】実施例1

下記組成のカチオン性の色材を含有したブラックイン ク、及び下記組成のアニオン性のイエロー、マゼンタ、 シアンのカラーインクを組み合わせてインクセットを作 製した。それぞれのインクは各成分を混合後、ブラック インクについてはポアサイズ 5 μ mのミクロフィルター を用いて加圧濾過し、その他のインクについてはポアサ イズ0.45μmのミクロフィルターを用いて加圧濾過し、 インクを調製した。

[0046]

B K — 1	略08
グリセリン	5部
エチレングリコール	5部
イソプロピルアルコール	2部
アセチレノールEH(川研ファインケミカル(株)製)	2部
76	6部

<u>カラーインク</u>		*	《水	80部。				
<イエロー>		20	【0047】実施例2					
C.I.アシッドイエロー25	4部		ブラックインク中のブラック色材B	K-1をBK-2に				
グリセリン	5部	•	変えた以外は実施例1と同様にして	、インクセットを作				
ジエチレングリコール	5部		製した。					
尿素	5部		【0048】比較例1					
エマール20C(花王(株)製)	1部		ブラックインクとして下記組成のアニオン性ブラックィ					
水	部08		ンクを用いる以外は実施例1と同様にして、インクセ					
<マゼンタ>			トを作製した。					
C.I.アシッドレッド51	4部		ブラックインク					
グリセリン	5部		C.I.ダイレクトブラック195	. 4部				
arepsilon ーカプロラクタム	5部	30	グリセリン	5部				
尿素	5部		2ーピロリドン	5部				
エマール20C(花王(株)製)	1部		尿素	5部				
水	1808		イソプロピルアルコール	2部				
<シアン>			エマール20C(花王(株)製)	1部				
C.I.アシッドブルー59	4部		水	78部。				
グリセリン	5部		【0049】比較例2					
2ーピロリドン	5部		ブラックインクとして下記組成のカチオン性ブラックイ					
尿素	5部		ンクを用いる以外は実施例1と同様	にして、インクセッ				
エマール20C(花王(株)製)	1部	*	トを作製した。					
ブラック インカ								

<u>ブラックインク</u>

BK-34部 グリセリン 5部 尿素 10部 2部 イソプロピルアルコール アセチレノールEH(川研ファインケミカル(株)製) 1部

78部。

【0050】実施例1~2及び比較例1~2で得られた インクセットについて、下記方法により物性を評価し た。結果を表2に示す。

(1) ブラックインクの耐光性

市販のキャノン(株)製のバブルジェットプリンター (型番BJC-430)を用いて、PPC用再生紙(日本加工製

50 紙(株)製)にブラックインクでベタ印字させ、その反

【0051】〈評価方法〉

射濃度をマクベスRD914(マクベス社製) 反射濃度計にて 測定した。この印字物にキセノンフェードメーター (AT LAS社製)で100 時間、3.9kW の光を照射し続けた後、ベ タ印字物の反射濃度を再び測定した。初期印字濃度に対 する100 時間照射後の印字濃度の残存率を求め、耐光性 の基準とした。

○: 残存率95%以上

△: 残存率80%以上95%未満

×:残存率80%未満。

【0052】(2) ブラックインクの耐水性

上記プリンターを用い、PPC用再生紙にブラックインクでベタ印字し、1時間乾燥させた後、静水中に垂直に10秒間浸漬し、そのまま垂直に引き上げた。室温にて自然乾燥させた後、初期の印字濃度に対する浸漬後の印字濃度の残存率を求め、下記基準で耐水性を評価した。

○:残存率95%以上

○: 残存率90%以上95%未満

△: 残存率70%以上90%未満

×:残存率70%未满。

【0053】(3) ブラックインクの耐擦過性

上記プリンターを用い、PPC用再生紙にブラックイン クでベタ印字し、1日乾燥させた後、指で強く印字面を 擦った。その印字のとれ具合を下記基準で評価した。

○:ほとんど印字はとれず、周りが黒くならない

△:少し印字が擦りとられ、周りが黒くなり、指も少し

黒くなる

×:かなり印字が擦りとられ、周りがひどく黒くなり、*

* 指も相当汚れる。

【0054】(4) ブラックインクの耐マーカー性 上記プリンターを用い、PPC用再生紙にブラックイン クでテキスト印字し、6時間後、市販の水性蛍光ペンで なぞった場合の印字サンプルの汚れ度合いを目視により 下記基準で評価した。

○: 蛍光ペンでなぞっても尾引き等汚れがない

△: 蛍光ペンでなぞると尾引きするが、実用上問題がないレベル

10 ×: 蛍光ペンでなぞると尾引きが発生し、汚れがひどい。

【0055】(5) ブラックインクとカラーインクの間の ブリーディング

上記プリンターを用い、PPC用再生紙に各インクセット中のブラックインクでベタ印字し、その直後にそれと隣接するようにイエロー、マゼンタ又はシアンインクで各色のインクのベタ印字をした。得られたベタ印字の境界部分を目視にて観察して、ブラックインクとカラーインクとの間のブリーディングを下記基準で評価した。

20 ◎:全ての境界部でブリーディングが認められない

○:僅かにブリーディングが見られるが、あまり気にはならない

△: 若干のブリーディングが見られる

×:殆ど全ての境界部でのブリーディングがひどい

[0056]

【表2】

	実 施 例		比 較 例	
	1	2	1	2
ブラックインクの 耐光性	Δ	0	Δ	0
プラックインクの 耐水性	0	0	· ×	Δ
プラックインクの 耐擦過性	0	0	0	×
プラックインクの 耐マーカー性	0	0	Δ	×
ブラックインタ とカラーインタの 間のプリーディング	0	0	×	0

フロントページの続き

(72)発明者 髙橋 茂樹

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研究所内

Fターム(参考) 2C056 EA13 FC02

4J039 AD03 AD09 AD10 AD12 AD20 AD22 BA04 BE01 BE07 CA06

EA15 EA16 EA17 EA19 EA36 EA38 EA39 EA41 EA42 EA43

EA47 GA24